

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

11. 8. 2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 6 月 3 0 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 1 9 4 1 7 5

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号

The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

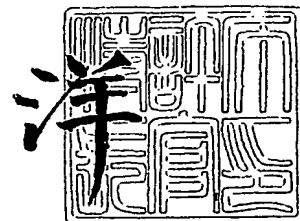
J P 2 0 0 4 - 1 9 4 1 7 5

出 願 人  
Applicant(s): H O Y A 株式会社

2 0 0 5 年 7 月 2 7 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特 2 0 0 5 - 3 0 6 3 5 2 2

【書類名】 特許願  
【整理番号】 04P21012  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 G11B 5/66  
【発明者】  
    【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号 H O Y A 株式会社内  
    【氏名】 園部 義明  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000113263  
    【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号  
    【氏名又は名称】 H O Y A 株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100113343  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 大塚 武史  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 154299  
    【納付金額】 16,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1

## 【書類名】 特許請求の範囲

## 【請求項 1】

基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクであって、前記磁気記録層は少なくとも、コバルト (C o) を含有する結晶粒子の間に珪素 (S i) もしくは珪素 (S i) の酸化物を含むグラニュー構造の強磁性層と、磁化容易軸方向が前記強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層とから構成されていることを特徴とする垂直磁気記録ディスク。

## 【請求項 2】

前記強磁性層中の珪素 (S i) の含有量が、8原子%～15原子%であることを特徴とする請求項 1 に記載の垂直磁気記録ディスク。

## 【請求項 3】

前記交換エネルギー制御層は、コバルト (C o) 若しくはその合金とパラジウム (P d) との交互積層膜、又は、コバルト (C o) 若しくはその合金と白金 (P t) との交互積層膜からなることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の垂直磁気記録ディスク。

## 【請求項 4】

前記強磁性層と前記交換エネルギー制御層との間に、磁氣的結合制御層を有することを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れかに記載の垂直磁気記録ディスク。

## 【請求項 5】

基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクの製造方法であって、

基板上に、コバルト (C o) を含有する結晶粒子の間に珪素 (S i) もしくは珪素 (S i) の酸化物を含むグラニュー構造の強磁性層と、磁化容易軸方向が前記強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層とから構成される磁気記録層を形成するに際し、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記交換エネルギー制御層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することを特徴とする垂直磁気記録ディスクの製造方法。

## 【書類名】明細書

## 【発明の名称】垂直磁気記録ディスク及びその製造方法

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は垂直磁気記録方式のHDD（ハードディスクドライブ）等に搭載される垂直磁気記録ディスクに関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年の情報処理の大容量化に伴い、各種の情報記録技術が開発されている。特に磁気記録技術を用いたHDD（ハードディスクドライブ）の面記録密度は年率100%程度の割合で増加し続けている。最近では、HDD等に用いられる2.5インチ径磁気ディスクにして、1枚当り60Gバイトを超える情報記録容量が求められるようになってきており、このような所要に応えるためには1平方インチ当り100Gビットを超える情報記録密度を実現することが求められる。HDD等に用いられる磁気ディスクにおいて高記録密度を達成するためには、情報信号の記録を担う磁気記録層を構成する磁性結晶粒子を微細化すると共に、その層厚を低減していく必要があった。

ところが、従来より商業化されている面内磁気記録方式（長手磁気記録方式、水平磁気記録方式とも呼称される）の磁気ディスクの場合、磁性結晶粒子の微細化が進展した結果、超常磁性現象により記録信号の熱的安定性が損なわれ、記録信号が消失してしまう、熱揺らぎ現象が発生するようになり、磁気ディスクの高記録密度化への阻害要因となっていた。

## 【0003】

この阻害要因を解決するために、近年、垂直磁気記録方式用の磁気ディスクが提案されている。垂直磁気記録方式の場合では、面内磁気記録方式の場合とは異なり、磁気記録層の磁化容易軸は基板面に対して垂直方向に配向するよう調整されている。垂直磁気記録方式は面内記録方式に比べて、熱揺らぎ現象を抑制することができるので、高記録密度化に対して好適である。例えば、特開2002-92865号公報（特許文献1）では、基板上に下地層、Co系垂直磁気記録層、保護層をこの順で形成してなる垂直磁気記録媒体に関する技術が開示されている。また、米国特許第6468670号明細書（特許文献2）には、粒子性の記録層に交換結合した人口格子膜連続層（交換結合層）を付着させた構造からなる垂直磁気記録媒体が開示されている。

## 【0004】

【特許文献1】特開2002-92865号公報

【特許文献2】米国特許第6468670号明細書

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

磁気ディスクの記録密度の向上は、主に、磁気記録層の磁化遷移領域ノイズの低減により行われる。ノイズ低減のためには、磁気記録層の結晶配向性の向上や結晶粒径および磁氣的相互作用の大きさを小さくする必要がある。すなわち、媒体の高記録密度化のためには、磁気記録層の結晶粒径を均一化、微細化し、しかも個々の磁性結晶粒子が磁氣的に分断された偏析状態とすることが望ましく、そのためには、磁気記録層の微細構造を適切に制御する必要がある。

ところで、特許文献1に開示されているCo系垂直磁気記録層、中でもCoPt系垂直磁気記録層は、保磁力 $H_c$ が高く、磁化反転生成磁界 $H_n$ をゼロ未満の小さな値とすることができるので熱揺らぎに対する耐性を向上させることができ、また高いS/N比が得られるので好適である。そしてまた、この垂直磁気記録層にCr等の元素を含有させることにより、磁性結晶粒子の粒界部分にCrを偏析させることができるので、磁性結晶粒子間の交換相互作用を遮断して高記録密度化に資することができる。

## 【0006】

また、CoPt系垂直磁気記録層にSiO<sub>2</sub>等の酸化物を添加すると、粒界にSiO<sub>2</sub>が偏析し、磁気記録層の結晶粒子間の磁氣的相互作用を低減することができる。また、SiO<sub>2</sub>を添加すると結晶粒径を微細化することができる。結晶粒径や磁氣的相互作用の大きさは粒界に偏析したSiO<sub>2</sub>層の厚みに影響される。磁気記録層に添加するSiO<sub>2</sub>量を増加させると、高記録密度時のS/N比は向上する。一方、SiO<sub>2</sub>量を増加させると垂直磁気異方性の劣化がおこる。それによって、熱安定性の劣化やDCノイズの増大が起こる。その対策として、磁気記録層中のPt量を増加させて異方性を増加させる方法も考えられるが、異方性の増加に伴い十分な記録ができなくなるという新たな問題も生じる。特に100Gbit/inch<sup>2</sup>以上の記録密度領域においては、その狭トラック化に伴い磁気ヘッド自体の有する記録能力が著しく低下してくるため、磁気記録層側で記録能力を向上させるような改善が必要であり、これが新たな課題となってくる。

本発明はこのような従来並びに新たな課題を解決するものであって、本発明の目的は、DCノイズの増大、熱安定性の劣化、記録能力の劣化を起こさずに、高密度記録時のS/N比を向上させることにより高記録密度化に資することができる垂直磁気記録ディスク及びその製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、上記課題を解決するため、以下の構成を有するものである。

(構成1) 基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクであって、前記磁気記録層は少なくとも、コバルト(Co)を含有する結晶粒子の間に珪素(Si)もしくは珪素(Si)の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層と、磁化容易軸方向が前記強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層とから構成されていることを特徴とする垂直磁気記録ディスク。

(構成2) 前記強磁性層中の珪素(Si)の含有量が、8原子%～15原子%であることを特徴とする構成1に記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成3) 前記交換エネルギー制御層は、コバルト(Co)若しくはその合金とパラジウム(Pd)との交互積層膜、又は、コバルト(Co)若しくはその合金と白金(Pt)との交互積層膜からなることを特徴とする構成1又は2に記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成4) 前記強磁性層と前記交換エネルギー制御層との間に、磁氣的結合制御層を有することを特徴とする構成1乃至3の何れかに記載の垂直磁気記録ディスク。

(構成5) 基板上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスクの製造方法であって、基板上に、コバルト(Co)を含有する結晶粒子の間に珪素(Si)もしくは珪素(Si)の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層と、磁化容易軸方向が前記強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層とから構成される磁気記録層を形成するに際し、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記交換エネルギー制御層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することを特徴とする垂直磁気記録ディスクの製造方法。

【0008】

構成1のように、本発明の垂直磁気記録ディスクにおいて、磁気記録層は少なくとも、コバルト(Co)を含有する結晶粒子の間に珪素(Si)もしくは珪素(Si)の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層と、磁化容易軸方向が前記強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層とから構成されている。

上記強磁性層を構成するCo系磁性材料としては、特にCoPt系又はCoPtCr系磁性材料が好ましい。CoPt系又はCoPtCr系磁性材料は、保磁力H<sub>c</sub>が高く、磁化反転生成磁界H<sub>n</sub>をゼロ未満の小さな値とすることができるので熱揺らぎに対する耐性を向上させることができ、また高いS/N比が得られるので好適である。

CoPt系又はCoPtCr系磁性材料に珪素(Si)等の元素を含有させることにより、磁性結晶粒子の粒界部分にSi等を偏析させることができるので、磁性結晶粒子間の交換相互作用を低減して媒体ノイズを低減させると共に高記録密度時のS/N比を向上させることができ

きる。なお、CoPt系又はCoPtCr系磁性材料にSiを単体として添加するだけでなく、SiO<sub>2</sub>等のSiの酸化物として添加してもよい。SiO<sub>2</sub>等のSiの酸化物として添加すると、粒界にSiの酸化物が偏析し、磁気記録層の結晶粒子間の磁氣的相互作用を低減して媒体ノイズを低減させると共に高記録密度時のS/N比を向上させることができる。

#### 【0009】

また、CoPt系又はCoPtCr系磁性材料にSi又はSiの酸化物を添加すると結晶粒径を微細化することができる。ところが、Si又はSiの酸化物の添加量が多いと結晶粒子が小さくなりすぎて熱揺らぎが大きくなるという問題が発生するため、従来では例えばSiの酸化物の添加量を5原子%以下に抑えていた。そのため、高記録密度化にも自ずと限界があった。これに対し、本発明では、Si又はSiの酸化物の添加量を多くしても、熱安定性の劣化を防止することができるので、熱安定性の劣化を起こさずに高記録密度化に資することが出来る。

#### 【0010】

構成2にあるように、本発明においては、前記強磁性層中の珪素(Si)の含有量が、8原子%~15原子%であることが好ましい。8原子%より含有量が少ないと媒体ノイズを低減させる効果が小さく、高記録密度時のS/N比を充分に向上させることができない。また15原子%より含有量が多いと垂直磁気異方性の劣化が起りはじめ、それに伴い高記録密度時の熱安定性の劣化やDCノイズの増大が起る。同様な理由から、特に好ましくは10~15原子%、更に好ましくは12~15原子%である。

本発明では、前記強磁性層は、Coを含有する磁性結晶粒子の間にSi又はその酸化物を含むグラニューラー構造である。また、この強磁性層の膜厚は、20nm以下が好ましい。望ましくは、8~16nmの範囲が好適である。

#### 【0011】

前記交換エネルギー制御層は、前記強磁性層と隣接し、或いは磁氣的結合制御層を介して、強磁性層と磁氣的な結合をすると共に互いの層における磁化容易軸方向を略同一方向に揃える機能を有する。該交換エネルギー制御層は、層内において結晶粒子が磁氣的に結合している。構成3にあるように、前記交換エネルギー制御層は、Co系磁性材料からなる強磁性層に対しては、具体的には、コバルト(Co)若しくはその合金とパラジウム(Pd)との交互積層膜、又は、コバルト(Co)若しくはその合金と白金(Pt)との交互積層膜からなることが好適である。このような材料からなる交互積層膜は磁氣的なKuが大きいいため、該交換エネルギー制御層にできる磁壁幅を薄くすることができる。その膜厚は、1~8nmが好ましい。望ましくは、2~5nmが好適である。尚、交換エネルギー制御層の材料は、上記多層膜のほかに、Pt含有量の多いCoCrPtや、CoPt、CoPd、FePt、CoPt<sub>3</sub>、CoPd<sub>3</sub>を用いても同様の効果が得られる。

#### 【0012】

また、交換結合による好適な垂直磁気記録特性を発揮するには、前記強磁性層の膜厚を増加させた場合は、前記交換エネルギー制御層の膜厚を増加させ、かつ、前記強磁性層の膜厚を減少させた場合は、前記交換エネルギー制御層の膜厚を減少させ、両層を好適な膜厚比に設定する必要がある。前記強磁性層の膜厚をA、前記交換エネルギーの制御層の膜厚をBとした場合、A/B(B分のA)は2~5の範囲が好ましい。望ましくは3~4が好適である。

また、構成4にあるように、前記強磁性層と前記交換エネルギー制御層との間に、磁氣的結合制御層を有することが好適である。磁氣的結合制御層を設けることにより、前記強磁性層と前記交換エネルギー制御層との間の交換結合を好適に制御することができる。磁氣的結合制御層としては、例えば、Pd層またはPt層が好適に用いられる。その膜厚は、2nm以下であることが好ましく、望ましくは、0.5~1.5nmの範囲である。

#### 【0013】

尚、前記強磁性層と交換エネルギー制御層とは隣接して、或いは上記磁氣的結合制御層を介して配置されるが、基板からみて交換エネルギー制御層を強磁性層の上方に配置する場合が好ましい。また、前記強磁性層は単層に限らず複数層で構成されてもよい。この場

合、Si又はSiの酸化物を含有するCo系磁性層同士を組み合わせてもよいし、Si又はSiの酸化物を含有するCo系磁性層とSi又はSiの酸化物を含まないCo系磁性層を組み合わせてもよい。なお、交換エネルギー制御層と隣接する側にはSi又はSiの酸化物を含有するCo系磁性層を配置することが好ましい。

本発明の垂直磁気記録層の形成方法としては、スパッタリング法で成膜することが好ましい。特にDCマグネトロンスパッタリング法で形成すると均一な成膜が可能となるので好ましい。

#### 【0014】

構成5にあるように、基板上に、前記強磁性層と、前記交換エネルギー制御層とから構成される垂直磁気記録層を形成するに際し、基板上に前記強磁性層をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、前記交換エネルギー制御層をアルゴンガス雰囲気中において前記強磁性層成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜することが望ましい。

上記強磁性層は、高いガス圧で成膜する必要がある。この理由は、媒体ノイズを低減させるために上記強磁性層における磁気的な粒子サイズを小さくし、かつCo含有の磁性結晶粒子の間にSiまたはSiの酸化物を均一の厚さで粒界偏析させることができるからである。これに対し、上記交換エネルギー制御層は低いガス圧で成膜する必要がある。この理由は、隣接して強磁性層がなければ、磁壁が自由に動くように、どこでも強磁性層の磁気的な粒子からのピニング力で磁壁（磁化転移点）を固定するために、上記交換エネルギー制御層を磁気的に一様にする必要があり、そのためには低いガス圧で成膜することが好適である。この場合、交換エネルギー制御層を、例えばガス圧が1～10mTorrの範囲内でスパッタリング成膜することが好ましい。尚、上記強磁性層はガス圧30mTorr以上でスパッタリング成膜することが好ましい。

#### 【0015】

本発明の垂直磁気記録ディスクは、基板上に少なくとも、上述の垂直磁気記録層を備えるが、この他に各種の機能層を設けることが好ましい。

本発明において、基板上に、垂直磁気記録層の磁気回路を好適に調整するための軟磁性層を設けてもよい。本発明において、軟磁性層は、軟磁気特性を示す磁性体により形成されていれば特に制限はないが、例えば、保磁力(Hc)で0.01～80エルステッド、好ましくは0.01～50エルステッドの磁気特性であることが好ましい。また、飽和磁束密度(Bs)は500emu/cc～1920emu/ccの磁気特性であることが好ましい。

軟磁性層と材料としては、Fe系、Co系などが挙げられる。例えば、FeTaC系合金、FeTaN系合金、FeNi系合金、FeCoB系合金、FeCo系合金などのFe系軟磁性材料、CoTaZr系合金、CoNbZr系合金などのCo系軟磁性材料、或いはFeCo系合金軟磁性材料等を用いることができる。

#### 【0016】

本発明において、軟磁性層の膜厚は30nm～1000nm、望ましくは50nm～200nmであることが好ましい。30nm未満では、磁気ヘッドー垂直磁気記録層ー軟磁性層間に好適な磁気回路を形成することが困難になる場合があり、1000nmを超えると表面粗さが増加する場合がある。また、1000nmを超えるとスパッタリング成膜が困難となる場合がある。

本発明において、基板上に、垂直磁気記録層の結晶配向を基板面に対して垂直方向に配向させるための非磁性下地層を設けることが好ましい。非磁性下地層の材料としては、Ti系合金が好ましい。Ti系合金の場合、hcp結晶構造を備えるCoPt系垂直磁気記録層の結晶軸(c軸)を垂直方向に配向するよう制御する作用が高く好適である。Ti系合金からなる非磁性下地層としては、Tiの他、TiCr系合金、TiCo系合金等が挙げられる。

このような非磁性下地層の膜厚は2nm～30nmが好適である。下地層の膜厚が2nm未満の場合、垂直磁気記録層の結晶軸を制御する作用が不十分であり、また30nmを超えると、垂直磁気記録層を構成する磁性結晶粒子のサイズが増大し、ノイズを増大させるため好ましくない。

## 【0017】

本発明において、基板は、軟磁性層の磁区制御のために、磁場中アニールが必要な場合は、ガラスであることが好ましい。ガラス基板は耐熱性に優れるので、基板の加熱温度を高くすることができる。

基板用ガラスとしては、アルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ソーダタイムガラス等が挙げられるが、中でもアルミノシリケートガラスが好適である。また、アモルファスガラス、結晶化ガラスを用いることができる。軟磁性層をアモルファスとする場合にあっては、基板をアモルファスガラスとすると好ましい。なお、化学強化したガラスを用いると、剛性が高く好ましい。

本発明において、基板主表面の表面粗さは $R_{max}$ で6nm以下、 $R_a$ で0.6nm以下であることが好ましい。このような平滑表面とすることにより、垂直磁気記録層－軟磁性層間の間隙を一定にすることができるので、磁気ヘッド－垂直磁気記録層－軟磁性層間に好適な磁気回路を形成することができる。

## 【0018】

本発明においては、基板と軟磁性層との間に、付着層を形成することも好ましい。付着層を形成することにより、基板と軟磁性層との間の付着性を向上させることができるので、軟磁性層の剥離を防止することができる。付着層の材料としては、例えばTi含有材料を用いることができる。実用上の観点からは付着層の膜厚は、1nm～50nmとすることが好ましい。

本発明の垂直磁気記録ディスクにあっては、前記垂直磁気記録層の上に、保護層を設けることが好適である。保護層を設けることにより、磁気ディスク上を浮上飛行する磁気記録ヘッドから磁気ディスク表面を保護することができる。保護層の材料としては、たとえば炭素系保護層が好適である。また、保護層の膜厚は3nm～7nm程度が好適である。

## 【0019】

また、前記保護層上に、更に潤滑層を設けることが好ましい。潤滑層を設けることにより、磁気ヘッドと磁気ディスク間の磨耗を抑止でき、磁気ディスクの耐久性を向上させることができる。潤滑層の材料としては、たとえばPFPE（パーフルオロポリエーテル）が好ましい。また、潤滑層の膜厚は0.5nm～1.5nm程度が好適である。

尚、前記軟磁性層、下地層、付着層と保護層についてもスパッタリング法で成膜することが好ましい。特にDCマグネトロンスパッタリング法で形成すると均一な成膜が可能となるので好ましい。インライン型成膜方法を用いることも好ましい。また、前記潤滑層は、例えばディップコート法で形成することが好ましい。

## 【発明の効果】

## 【0020】

本発明によれば、DCノイズの増大、熱安定性の劣化、記録能力の劣化を起こさずに、高密度記録時のS/N比を向上させることにより高記録密度化に資することができる垂直磁気記録ディスク及びその製造方法を提供することができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0021】

本発明になる垂直磁気記録ディスクの一実施の形態を図1に掲げる。

図1によれば、本発明の垂直磁気記録ディスクの一実施の形態10は、ガラス基板1上に順に、付着層2、軟磁性層3、第1下地層4a、第2下地層4b、強磁性層5、磁氣的結合制御層6、交換エネルギー制御層7、炭素系保護層8、及び潤滑層9を備えた構成である。以下実施例、比較例を挙げて、本発明を詳細に説明する。

## 【0022】

## (実施例1)

アモルファスのアルミノシリケートガラスをダイレクトプレスで円盤状に成型し、ガラスディスクを作成した。このガラスディスクに研削、研磨、化学強化を順次施し、化学強化ガラスディスクからなる平滑な非磁性ガラス基板1を得た。ディスク直径は65mmである。このガラス基板1の主表面の表面粗さをAFM（原子間力顕微鏡）で測定したところ、 $R_{ma}$



$R_a$ が4.8nm、 $R_a$ が0.42nmという平滑な表面形状であった。なお、 $R_{max}$ 及び $R_a$ は、日本工業規格 (JIS) に従う。

次に、得られたガラス基板 1 上に、真空引きを行なった成膜装置を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法にて、Ar 雰囲気中で、付着層 2、軟磁性層 3 を順次成膜した。

このとき、付着層 2 は、膜厚 20nm の Ti 層となるように、Ti ターゲットを用いて成膜した。また、軟磁性層 3 は、膜厚 200nm のアモルファス CoTaZr (Co: 88 at%, Ta: 7.0 at%, Zr: 4.9 at%) 層となるように、CoTaZr ターゲットを用いて成膜した。

#### 【0023】

こうして軟磁性層 3 までの成膜を終えた垂直磁気記録ディスク用基板を成膜装置から取り出した。

得られた軟磁性層 3 までの成膜を終えた垂直磁気記録ディスク用基板の表面粗さを AFM で同様に測定したところ、 $R_{max}$ が5.1nm、 $R_a$ が0.48nmという平滑な表面形状であった。さらに、VSM (振動試料型磁化測定装置) で上記基板の磁気特性を測定したところ、保磁力 ( $H_c$ ) は 2 エルステッド、飽和磁束密度は 810 emu/cc であり、好適な軟磁性特性を示していた。

次に、得られた上記基板上に、真空引きを行なった枚葉・静止対向型成膜装置を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法にて、Ar 雰囲気中で、第 1 下地層 4a、第 2 下地層 4b、強磁性層 5、磁氣的結合制御層 6、交換エネルギー制御層 7、及び炭素系保護層 8 を順次成膜した。

#### 【0024】

軟磁性層 3 までの成膜を終えた上記基板上に、まず、アモルファスの NiTa (Ni: 45 at%, Ta: 55 at%) からなる 10nm 厚の第 1 下地層 4a と、Ru からなる 30nm 厚の第 2 下地層 4b を形成した。次に、SiO<sub>2</sub> を含有する CoCrPt からなる硬磁性体のターゲットを用いて、15nm の hcp 結晶構造からなる強磁性層 5 を形成した。該強磁性層 5 を形成するためのターゲットの組成は、Co: 62 at%, Cr: 10 at%, Pt: 16 at%, SiO<sub>2</sub>: 12 at% である。尚、強磁性層 5 はガス圧 30mTorr で成膜した。

次いで、Pd からなる 0.9nm 厚の磁氣的結合制御層 6 を形成した。さらに、CoB と Pd との交互積層膜からなる交換エネルギー制御層 7 を形成した。まず、CoB を 0.3nm 成膜し、その上に Pd を 0.9nm 成膜した。従って、この交換エネルギー制御層 6 の総厚は 1.2nm である。尚、交換エネルギー制御層 7 は、上記強磁性層 5 成膜時のガス圧よりも低いガス圧 10mTorr で成膜した。

#### 【0025】

次に、Ar に水素を 18 体積% 含有させた混合ガスを用いて、カーボンターゲットをスパッタリングすることにより、水素化カーボンからなる炭素系保護層 8 を形成した。炭素系保護層 8 の膜厚は 4.5nm である。水素化炭素とすることで、膜硬度が向上するので、磁気ヘッドからの衝撃に対して垂直磁気記録層を防護することができる。

この後、PFPE (パーフロロポリエーテル) からなる潤滑層 9 をディップコート法により形成した。潤滑層 9 の膜厚は 1nm である。

以上の製造工程により、本実施例の垂直磁気記録ディスクが得られた。

得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層 (強磁性層 5 と磁氣的結合制御層 6 と交換エネルギー制御層 7 を併せて垂直磁気記録層と呼ぶ。以下同様。) の配向性を X 線回折法にて分析したところ、hcp (六方細密充填) 結晶構造の c 軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層 5 を透過型電子顕微鏡 (TEM) を利用して詳細に分析したところ、グラニューラー構造を備えていた。具体的には、Co を含有する hcp 結晶構造の結晶粒子の間に、Si の酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

#### 【0026】

##### (実施例 2)

実施例 1 における交換エネルギー制御層 7 を、CoB と Pd の 2 周期の交互積層膜としたこ

と以外は、実施例 1 と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た（実施例 2）。本実施例の垂直磁気記録ディスクにおける交換エネルギー制御層 7 の総厚は 2.4 nm である。

得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性を X 線回折法にて分析したところ、実施例 1 と同様に hcp（六方細密充填）結晶構造の c 軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層 5 を透過型電子顕微鏡（TEM）を利用して詳細に分析したところ、実施例 1 と同様にグラニューラー構造を備えていた。具体的には、Co を含有する hcp 結晶構造の結晶粒子の間に、Si の酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

（実施例 3）

実施例 1 における交換エネルギー制御層 7 を、CoB と Pd の 5 周期の交互積層膜としたこと以外は、実施例 1 と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た（実施例 3）。本実施例の垂直磁気記録ディスクにおける交換エネルギー制御層 7 の総厚は 6.0 nm である。

得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性を X 線回折法にて分析したところ、実施例 1 と同様に hcp（六方細密充填）結晶構造の c 軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層 5 を透過型電子顕微鏡（TEM）を利用して詳細に分析したところ、実施例 1 と同様にグラニューラー構造を備えていた。具体的には、Co を含有する hcp 結晶構造の結晶粒子の間に、Si の酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

【0027】

（比較例 1）

実施例 1 において、強磁性層 5 を、SiO<sub>2</sub> を含有する CoCrPt からなる硬磁性体のターゲット（Co: 62at%、Cr: 10at%、Pt: 16at%、SiO<sub>2</sub>: 12at%）を用いて、15nm 厚で形成した。また、この強磁性層 5 上に、磁氣的結合制御層 6 及び交換エネルギー制御層 7 は形成せずに、炭素系保護層 8 及び潤滑層 9 を形成した。これらの点以外は、実施例 1 と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た。

得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層 5 の配向性を X 線回折法にて分析したところ、hcp（六方細密充填）結晶構造の c 軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。また、得られた垂直磁気記録ディスクにおける強磁性層 5 を透過型電子顕微鏡（TEM）を利用して詳細に分析したところ、グラニューラー構造を備えていた。具体的には、Co を含有する hcp 結晶構造の結晶粒子の間に、Si の酸化物からなる粒界部分が形成されていることを確認した。

（比較例 2）

実施例 1 において、強磁性層 5 を、CoCrPt からなる硬磁性体のターゲット（Co: 70at%、Cr: 18at%、Pt: 12at%）を用いて、15nm 厚で形成した。この点以外は、実施例 1 と同様にして垂直磁気記録ディスクを得た。

得られた垂直磁気記録ディスクにおける垂直磁気記録層の配向性を X 線回折法にて分析したところ、hcp（六方細密充填）結晶構造の c 軸がディスク面に対して垂直方向に配向していた。

【0028】

得られた実施例及び比較例の垂直磁気記録ディスクの静磁気特性を VSM と極カーループトレーサーで評価した。

図 2 は、VSM で測定した MH 曲線を示したもので、交換エネルギー制御層の膜厚を、多層膜 [CoB/Pd]<sub>n</sub> における n を増加させることによって変えたものである。従って、n = 1（実施例 1）、n = 2（実施例 2）、n = 5（実施例 3）、n = 0（比較例 1）である。同図より、交換エネルギー制御層の膜厚増加により、磁化反転核生成磁界（H<sub>n</sub>）が増加し、H<sub>s</sub> が減少していくことが分かる。これは、垂直磁気記録層を、強磁性層 5、磁氣的結合制御層 6、及び交換エネルギー制御層 7 の積層構造とすることにより、熱安定性が向上すると同時に記録しやすくなることを示唆している。

また、下記表 1 は、各実施例及び比較例の垂直磁気記録ディスクの静磁気特性、電磁変換特性の評価結果を纏めて示したものである。

【0029】

【表1】

表 1	Hc (Oe)	Mr/Ms	Hn (Oe)	O/W (dB)	S/N(DC) (dB)	S/N(MF) (dB)
実施例 1	3900	1.000	200	29.5	26.0	22.0
実施例 2	4010	1.000	1740	34.6	28.1	22.2
実施例 3	3780	1.000	1600	49.3	32.0	23.5
比較例 1	2900	1.000	500	28.0	25.0	15.0
比較例 2	3882	0.989	100	27.4	24.2	21.5

【0030】

表1より、極カーループトレーサーで測定した磁化反転核生成磁界 (Hn) は、本発明の実施例に係る垂直磁気記録ディスクによれば、比較例2のような垂直磁気記録層を、強磁性層5、磁氣的結合制御層6及び交換エネルギー制御層7の積層構造としているが磁気記録層にSiまたはSiの酸化物を含有しない特許文献2で示されるような従来型の垂直磁気記録ディスクと比較して、約100から1600エルステッド (Oe) 大きくなることが分かる。また、電磁変換特性を測定したところ、オーバーライト特性 (O/W) は、比較例1及び2と比べると、実施例1では1.5~2.1 dB、実施例2では6.6~7.2 dB、実施例3で21.3~21.9 dBと大きく改善される。また、S/N(DC)は、比較例1及び2と比べると、実施例1では1.0~1.8 dB、実施例2では3.1~3.9 dB、実施例3で7.0~7.8 dBと大きく改善される。また、S/N(MF)は、比較例2と比べると、実施例1では0.5 dB、実施例2では0.7 dB、実施例3で2.0 dB改善され、比較例1と比べると実施例1では7.0 dB、実施例2では7.2 dB、実施例3で8.5 dB改善される。さらに、100Gbit/inch<sup>2</sup>の記録密度が達成できる条件で、エラーレート測定した結果、約1~2桁の向上が得られた。この値は本発明によれば比較例1及び2のような従来型の媒体に比べて約2~3倍の記録密度が達成できることを示唆している。

【0031】

なお、電磁変換特性は以下のようにして測定した。

R/Wアナライザー (DECO) と、記録側がSPT素子、再生側がGMR素子を備える垂直磁気記録方式用磁気ヘッドとを用いて測定した。このとき、磁気ヘッドの浮上量は10 nmであった。

S/N(DC)、S/N(MF)及びオーバーライト特性 (O/W) の測定方法は以下のとおりである。

最高記録密度 (1F) を960 k f c iとして、S/N比は、S/N (DC) とS/N(MF)の測定を行った。S/N(DC)は、24F記録密度 (40 k f c i) で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、DC周波数領域から1Fの1.2倍の周波数領域までの媒体ノイズをスペクトロアナライザーを用いて観測し算出した。また、S/N(MF)は、2F記録密度 (480 k f c i) で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、DC周波数領域から1Fの1.2倍の周波数領域までの媒体ノイズをスペクトロアナライザーを用いて観測し算出した。さらに、オーバーライト特性は、24F (40 k f c i) 記録密度で垂直磁気記録媒体上にキャリア信号記録した後に、1F記録密度 (960 k f c i) でキャリアを上書きし、元々の24F (40 k f c i) 記録密度のキャリア再生出力と、1F上書き後の12Fキャリアの残存再生出力を測定して求めた。

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】本発明の一実施形態に係る垂直磁気記録ディスクの断面模式図である。

【図2】実施例及び比較例におけるMH曲線図である。

【符号の説明】

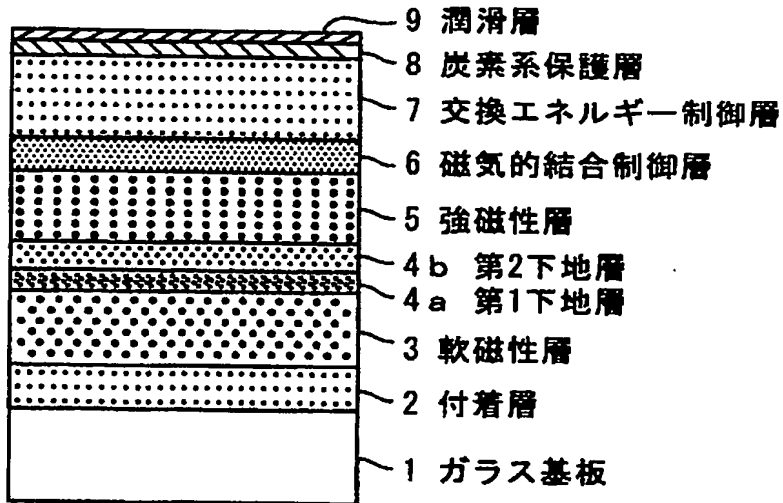
【 0 0 3 3 】

- 1 ガラス基板
- 2 付着層
- 3 軟磁性層
- 4 a 第 1 下地層
- 4 b 第 2 下地層
- 5 強磁性層
- 6 磁氣的結合制御層
- 7 交換エネルギー制御層
- 8 炭素系保護層
- 9 潤滑層
- 1 0 垂直磁気記録ディスク

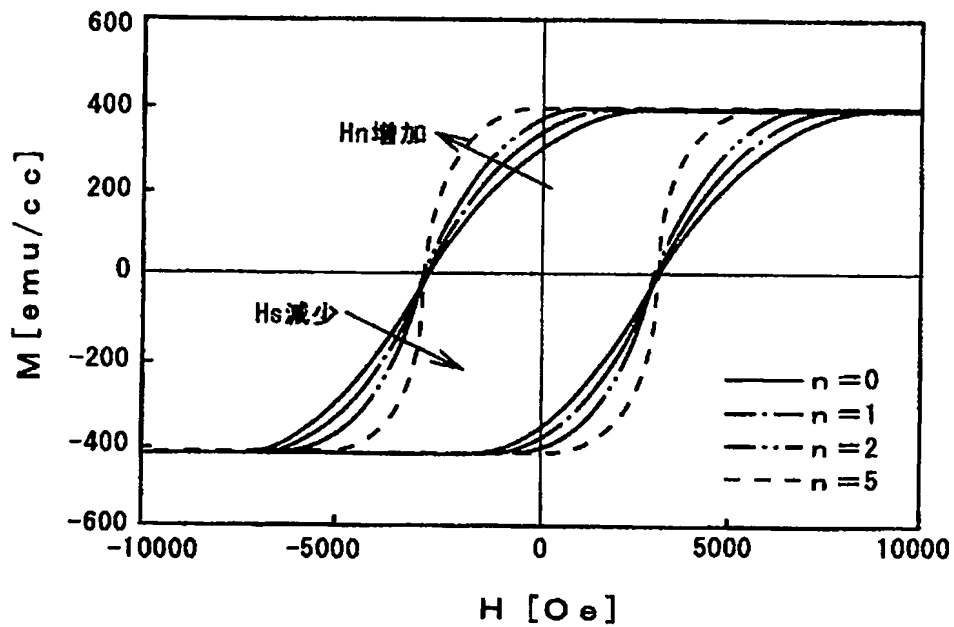
【書類名】 図面

【図 1】

10 垂直磁気記録ディスク



【図 2】



## 【書類名】要約書

## 【要約】

【課題】DCノイズの増大、熱安定性の劣化、記録能力の劣化を起こさずに、高密度記録時のS/N比を向上させることにより高記録密度化に資することができる垂直磁気記録ディスク及びその製造方法を提供する。

【解決手段】基板1上に少なくとも磁気記録層を備え、垂直磁気記録に用いる磁気ディスク10であって、磁気記録層は、コバルト(Co)を含有する結晶粒子の間に珪素(Si)もしくは珪素(Si)の酸化物を含むグラニューラー構造の強磁性層5と、磁化容易軸方向が強磁性層と略同一方向に揃った交換エネルギー制御層7と、強磁性層5と交換エネルギー制御層7との間に有する磁氣的結合制御層6とから構成されている。基板1上に強磁性層5をアルゴンガス雰囲気中でスパッタリング成膜した後、交換エネルギー制御層7をアルゴンガス雰囲気中において強磁性層5成膜時のガス圧よりも低いガス圧でスパッタリング成膜する。

【選択図】図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2004-194175
受付番号	50401105028
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0097
作成日	平成16年 7月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成16年 6月30日

特願 2 0 0 4 - 1 9 4 1 7 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 1 3 2 6 3 ]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 2 月 1 0 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号

氏 名

H O Y A 株式会社



# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/011926

International filing date: 29 June 2005 (29.06.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-194175  
Filing date: 30 June 2004 (30.06.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 01 September 2005 (01.09.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**